

54911B/30	A23	BAD 14.01.78	137
BASF AG		*EP---3.112	
17.01.78-D1-801792 (+801578) (25.07.79) C07c-67/24 C07c- Polybutylene glycol carboxylic acid diesters) - made by polymerisation of purified THF in the presence of carboxylic acid (anhydride) and catalyst)			
D/S: E(BE, DT, FR, GB), Polybutyleneglycol carboxylic acid diesters $R-CO-O-(-CH_2CH_2CH_2CH_2-O)_n-CO-R^1 \quad (I)$ (in which R and R <sup>1</sup> are alkyl, COOH-contg. opt. unsaturated aliphatic gp. or COOH-contg. aromatic gp. and n is a 2-200) are made by first treating tetrahydrofuran with strong mineral acids, organic sulphonic acids, silica gel and/or fuller's earth. The treated THF is then polymeris- ed in the presence of $\geq 1$ carboxylic acid or carboxylic acid anhydride and a polymerisation catalyst to form the (I).			
<u>USE/ADVANTAGE</u> The pretreatment of the THF removes traces of impurities present in technical THF and gives higher rates of polymerisation, reproducible molecular weights and avoidance of discoloured prods. The (I) can be trans- esterified e.g. with methanol to give the corresponding			
A(5-H5, 10-E7). dihydroxy comp., which are useful raw materials for the prods. of polyurethanes.			
<u>DETAILS</u> Pret. the THF is pretreated for 0.5-3 hours at 10-66°C with 0.1-3% (on THF) of strong mineral acid, organic sulphonic acids, silica gel and/or fuller's earth, and the treatment agent is sepd. from the treated THF before the polymerisation is carried out. Suitable polymerisation catalysts for polymerising the THF are eg SbCl <sub>5</sub> or fuller's earth with a moisture content of $< 3$ wt.%, esp. 0.001-1.5 wt.%. Generally 1-20 wt.%(on THF) of fuller's earth is used as polymerisation catalyst. The carboxylic acid anhydride is pref. acetic anhydride.			
<u>EXAMPLE</u> Commercial technical grade THF was refluxed with 0.5 wt. % Tonsil Optimum FF (RTM) fuller's earth for 2 hours and the purified prod. was recovered from the solid mater- ial by distn. A catalyst soln. was made by mixing 149 gms. SbCl <sub>5</sub> and 60 pts. acetic acid at 50°C (cooling). 2160 pts. of the purified THF, heated to 30°C, was mixed with			
EP---3112+			

357 pts. acetic anhydride and 5 pts. of the catalyst soln. Polymerisation was carried out for 6 hours at 30°C, then the reaction was stopped by the addn. of 3 pts.  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ . The mixt. was filtered and unreacted THF and acetic anhydride removed at 100°C under reduced pressure. The prod. was filtered again to yield 1600 pts. acetyl gp.-contg. polytetrahydrofuran with a mol. wt. of 2000 and a colour value in the melt of < 10 APHA units. (25pp513).  
(G) ISR: DS1045662; DT2364859; DT2445961.



⑪  
⑫  
⑬

# Offenlegungsschrift 29 16 653

Aktenzeichen: P 29 16 653.8  
Anmeldetag: 25. 4. 78  
Offenlegungstag: 5. 11. 80

⑭

Unionpriorität:

⑮ ⑯ ⑰

⑱

Bezeichnung:

Verfahren zur Polymerisation von Tetrahydrofuran

⑲

Zusatz zu:

P 28 01 578.3

⑳

Anmelder:

BASF AG, 6700 Ludwigshafen

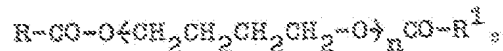
㉑

Erfinder:

Mueller, Herbert, Dipl.-Chem. Dr., 6710 Frankenthal;  
Huchler, Otto Hermann, Dipl.-Chem. Dr., 6703 Limburgerhof

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von Polybutylenglykolkarbonsäurediester der Formel



in der R und R<sup>1</sup> gleich oder verschieden sind und einen Alkylrest, einen carboxylgruppenhaltigen, gegebenenfalls äthylenisch ungesättigten aliphatischen Rest oder einen carboxylgruppenhaltigen aromatischen Rest und n eine ganze Zahl von 2 bis 200 bedeuten, durch Polymerisation von Tetrahydrofuran in Gegenwart von Carbonsäureanhydriden und Bleicherden mit einem Wassergehalt von weniger als 3 Gew. % als Katalysator, nach Patent (Patentanmeldung P 28 01 578.3), dadurch gekennzeichnet, daß der Katalysator in einem festen Katalysatorbett angeordnet ist und mit einer Mischung aus Tetrahydrofuran und Carbonsäureanhydrid in Kontakt gebracht wird.

2. Verfahren gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Katalysatorbett in einem Röhrenreaktor fest angeordnet ist und von einer Mischung aus Tetrahydrofuran und Carbonsäureanhydrid durchströmt wird.
3. Verfahren gemäß Anspruch 1-2, dadurch gekennzeichnet, daß das Tetrahydrofuran vor der Polymerisation mit starken Mineralsäuren, organischen Sulfonsäuren, Silikagel und/oder Bleicherden behandelt wird.

BASF Aktiengesellschaft

- 2 -

O.Z. 0050/033828

Verfahren zur Polymerisation von Tetrahydrofuran

Zusatz zu Patent (Patentanmeldung P 28 01 578.3)

5 Gegenstand des Hauptpatents (Patentanmeldung P 28 01 578.3) ist ein Verfahren zur Herstellung von Polybutylenglykolcarbonsäurediester der Formel



10 in der R und R<sup>1</sup> gleich oder verschieden sind und einen Alkylrest, einen carboxylgruppenhaltigen, gegebenenfalls äthylenisch ungesättigten aliphatischen Rest oder einen carboxylgruppenhaltigen aromatischen Rest und n  
 15 eine ganze Zahl von 2 bis 200 bedeuten, durch Polymerisation von Tetrahydrofuran in Gegenwart von Carbonsäureanhydriden und Bleicherden als Katalysator, wobei die Bleicherde einen Wassergehalt von weniger als 3 Gew.-%, vorzugsweise von 0,001 bis 1,5 Gew.-% aufweist.

20 Der Gegenstand der Hauptanmeldung weist gegenüber dem bekannten Stand der Technik folgende Vorteile auf:

25 Die im wesentlichen wasserfreien Bleicherden zeigen eine höhere katalytische Aktivität in bezug auf die Polymerisationsgeschwindigkeit, den erzielbaren Umsatz und die

- Katalysatoreinsatzzahl. Mit Hilfe des Polymerisationsverfahrens können Diester von Polybutylenglykolen mit beliebigen Polymerisationsgraden von  $n = 2$  bis  $n = 200$  hergestellt werden, die nach der Hydrolyse hydroxylgruppenhaltige Polytetrahydrofurane (PTHF) mit Molekulargewichten von ungefähr 150 bis 15 000 ergeben. Derartige PTHF bewirken in Enderzeugnissen, z.B. in Polyurethanen, ein genügend hohes mechanisches Eigenschaftsniveau.
- 10 Die festen Katalysatoren können durch gebräuchliche physikalische Trennmethode, wie z.B. Filtrieren oder Zentrifugieren, aus der Polymerisationsmischung abgetrennt und erneut für eine beliebige Anzahl weiterer Polymerisationen verwendet werden.
- 15 Gemäß Gegenstand des Hauptpatents kommen die wasserfreien Bleicherden üblicherweise pulverförmig zur Anwendung, d.h. eine katalytisch wirksame Menge wasserfreier Bleicherde wird in der zu polymerisierenden Reaktionslösung suspendiert und nach beendeter Polymerisation nach bekannten Methoden wieder abgetrennt.
- 20 Diese Abtrennung der Bleicherde ist mit einem kostspieligen technischen Aufwand verbunden und führt gegebenenfalls zu einem verfärbten Polymerisat, wenn bei der Katalysatorabtrennung und -rückführung die Atmosphäre nicht vollständig ausgeschlossen werden kann. Schädlich für den Katalysator und damit für den folgenden Polymerisationsansatz ist vermutlich sowohl die Einwirkung von atmosphärischer Feuchtigkeit als auch von Luftsauerstoff.
- 25 30 Der vorliegenden Erfindung lag nun die Aufgabe zugrunde die Polymerisation von THF in bezug auf die technische Ausführungsform zu vereinfachen, die obengenannten Mängel weitgehend zu beseitigen ohne die Vorteile gemäß Haupt-
- 35

Anmeldung zu beeinträchtigen.

Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist eine vorteilhafte Ausgestaltung des Verfahrens gemäß Hauptpatent

5 (Patentanmeldung P 28 01 578.3), die dadurch gekennzeichnet ist, daß der Katalysator in einem festem Katalysatorbett angeordnet ist und mit einer Mischung von Tetrahydrofuran und Carbonsäureanhydrid in Kontakt gebracht wird.

10

Überraschenderweise zeigte sich, daß zu Formkörpern verpreßte und oberhalb 100°C getrocknete Bleicherden, die in ein stationäres fest angeordnetes Katalysatorbett eingebracht werden, durch die zu polymerisierende Mischung aus  
15 THF und Carbonsäureanhydrid nicht zerstört werden, sondern über ungewöhnlich lange Zeiträume, beispielsweise von mehr als einem Jahr, ihre ursprüngliche feste Form erhalten und keinerlei Abrieb zeigen. Da die technisch aufwendige Abtrennung des pulverförmigen Katalysators unter Ausschluß  
20 der Atmosphäre entfällt, wird das Verfahren vereinfacht und gleichzeitig die Polymerisation in bezug auf die Qualität des Endprodukts - insbesondere hinsichtlich der Farbe und des Polymerisationsgrades - streng reproduzierbar. Da der Katalysatoreinsatz vernachlässigbar gering ist,  
25 ist das Verfahren besonders umweltfreundlich. Während es bei der Verwendung des Katalysators in suspendierter Form hin und wieder durch unbeabsichtigten Lufteinbruch zu Vergiftungserscheinungen kommt und der Katalysator unbrauchbar und somit deponiert werden muß, bleibt der in  
30 Festbett angeordnete Katalysator, sofern mit hochreinem Tetrahydrofuran gearbeitet wird, beliebig lange brauchbar. Ein hochreines Tetrahydrofuran, das für die Polymerisation mit Bleicherde besonders geeignet ist, erhält man beispielsweise gemäß Patentanmeldung T 26 01 792.7  
35 durch Behandlung des THF mit starken Mineralsäuren,

Organischen Sulfonsäuren, Silikagel und/oder Bleicherden.

Geeignete Bleicherden sind insbesondere Aluminiumhydro-  
silikate oder Aluminium-Magnesiumhydro-silikate vom Typ  
des Montmorillonits, die durch Säure aktiviert sein  
können und z.B. unter dem Namen "Tonsil" im Handel sind.  
Zur Herstellung der erfindungsgemäß verwendbaren Form-  
körper aus im wesentlichen wasserfreien Bleicherden wer-  
den die handelsüblichen wasserhaltigen Bleicherden mit  
z.B. Bindemitteln, insbesondere Wasser, verknetet und zu  
Formkörpern verpreßt. Anschließend werden die wasserhal-  
tigen Formkörper oberhalb 100°C, vorzugsweise bei Tem-  
peraturen von 150° bis 700°C, bei Normaldruck oder unter  
vermindertem Druck, gegebenenfalls in Gegenwart von unter  
den Reaktionsbedingungen inerten Gasen, z.B. Edelgasen,  
wie Helium oder Argon, oder insbesondere Stickstoff, ent-  
wässert. Die erfindungsgemäß verwendbaren Katalysator-Form-  
körper besitzen danach Wassergehalte kleiner als 3 Gew.-%,  
vorzugsweise von 0,001 bis 1,5 Gew.-% und insbesondere  
von 0,1 bis 0,5 Gew.-%.

Die verpreßten Bleicherden können beispielsweise die Form  
von Kugeln, Ringen, Zylindern oder Tabletten aufweisen.  
Bei Verwendung von kugelförmigen Bleicherdeformkörpern  
weisen die Kugeln im allgemeinen Durchmesser von 2 bis  
15 mm, vorzugsweise 3 bis 5 mm auf. Als zylinderförmige  
Formkörper werden im allgemeinen Zylinder mit einer Länge  
von 2 bis 15 mm und einem Durchmesser von 2 bis 6 mm ver-  
wendet. Nicht kugel- oder zylinderförmige Formkörper  
weisen im allgemeinen ein Volumen auf, das dem der zylin-  
derförmigen Formkörper entspricht.

35

030045/0192

ORIGINAL INSPECTED



Für die Polymerisation des THF, insbesondere des gemäß Patentanmeldung P 28 01 792.7 vorbehandelten THF, werden nur geringe Mengen der im wesentlichen wasserfreien Bleicherde benötigt. Die trockenen Bleicherde-Formkörper werden  
8 in einem Reaktionsgefäß, beispielsweise einem Röhren- oder Schachtofen, aufgeschüttet. Die gewählte Dimension der Katalysatorschüttung wird vorzugsweise von der Möglichkeit bestimmt, die Polymerisationswärme abzuführen.

10 Die Reaktionsgefäße, die im allgemeinen säulenförmig sind, können einen Querschnitt in beliebiger Form, beispielsweise in Form eines Quadrates oder einer Ellipse, aufweisen. Vorzugsweise verwendet man jedoch langgestreckte, zylinderförmige Reaktionsgefäße. Das Verhältnis von Innen-  
15 durchmesser zu Länge des Reaktionsgefäßes beträgt im allgemeinen 1 : 2 bis 1 : 100, vorzugsweise 1 : 10 bis 1 : 40. Die Reaktionsgefäße können senkrecht oder waagrecht ausgerichtet sein und auch Zwischenlagen einnehmen. Vorzugsweise verwendet werden jedoch senkrecht stehende Röhrenöfen,  
20 bei denen der Rohrdurchmesser etwa 10 bis 100 mm beträgt. Legt man weniger Wert auf eine genaue Temperaturführung bei der Polymerisation, so können als Reaktionsgefäß auch einfache Schachtofen eingesetzt werden.

25 Die im wesentlichen wasserfreien Bleicherden enthalten erst in Gegenwart des Promotors Carbonsäureanhydrid ihre katalytische Wirkung. Vorteilhafterweise verwendet man solche Carbonsäureanhydride, die sich von aliphatischen oder aromatischen, poly- und/oder vorzugsweise Monocarbonsäuren  
30 mit 2 bis 12, vorzugsweise 2 bis 8 Kohlenstoffatomen ableiten. Genannt seien beispielsweise Anhydride von aliphatischen Carbonsäuren mit 2 bis 12 Kohlenstoffatomen, wie Buttersäureanhydrid, Valeriansäureanhydrid, Capronsäureanhydrid, Caprylsäureanhydrid, Pelargonsäureanhydrid  
35

- und vorzugsweise Propionsäureanhydrid und Essigsäureanhydrid, Anhydride von aromatischen und aliphatischen Polycarbonsäuren, insbesondere Dicarbonsäuren, wie Phthalsäureanhydrid, Naphthalinsäureanhydrid und vorzugsweise Bernsteinsäure und Maleinsäureanhydrid. Aus Preisgründen und Gründen der leichten Zugänglichkeit wird Essigsäureanhydrid bevorzugt. Selbstverständlich sind auch gemischte Anhydride und Mischungen der oben genannten Anhydride verwendbar.
- Wie bereits erwähnt, können nach dem erfindungsgemäßen Verfahren Diester von Polybutylenglykol mit einem beliebigen Polymerisationsgrad hergestellt werden. Der Polymerisationsgrad wird im wesentlichen bestimmt durch die Carbonsäureanhydridkonzentration der Polymerisationsmischung. Je niedriger die Carbonsäureanhydridkonzentration gewählt wird, umso höhere Molekulargewichte werden erreicht und umgekehrt. Da die Polymerisationsgrade auch von den Eigenschaften der im wesentlichen wasserfreien Bleicherden bestimmt werden, ist es im allgemeinen erforderlich für eine bestimmte Bleicherde die Säureanhydridkonzentration zu ermitteln, die das gewünschte Molekulargewicht ergibt. Da die Art der verwendeten im wesentlichen wasserfreien Bleicherde einen geringeren Einfluß auf das Molekulargewicht hat als die Carbonsäureanhydridkonzentration, sollen hier als Orientierung beispielsweise folgende Werte angegeben werden. Bei einer Carbonsäureanhydridkonzentration von beispielsweise 70 bis 80 Molprozent wird das THF bei einer Polymerisationstemperatur von 30° bis 40°C fast quantitativ in den Diester des Dibutylenglykols übergeführt. Wendet man eine Carbonsäureanhydridkonzentration von etwa 2 Molprozent an, so erhält man ein Polymerisat mit einem Polymerisationsgrad  $n = 25$  bis 30.

- Zur Herstellung von Diestern von Polybutylenglykolen mit Polymerisationsgraden von 12 bis 36 bei z.B. 30°C, die

Insbesondere hergestellt, durch Hydrolyse in PTHF überge-  
führt und zur Herstellung von Polyurethanan verwendet  
werden, hat sich eine Carbonsäureanhydridkonzentration,  
insbesondere Acetanhydridkonzentration, von 12 bis 0,5 Mol-  
5 prozent, vorzugsweise von 9 bis 1,5 Molprozent, besonders  
gut bewährt, so daß vorzugsweise in diesem Konzentrations-  
bereich polymerisiert wird.

Zur Durchführung der Polymerisation werden die im wesent-  
10 lichen wasserfreie Bleicherde-Formkörper enthaltenden  
Reaktionsgefäße mit einer Mischung aus THF, vorzugsweise  
mit starken Mineralsäuren und/oder Bleicherden vorbehand-  
eltem THF, und Carbonsäureanhydrid nach bekannten Reak-  
tionsmethoden, beispielsweise nach der Riesel- oder Sumpff-  
15 fahrweise, in Kontakt gebracht. Bei der bevorzugt ange-  
wandten Sumpffahrweise wird das gesamte Katalysatorvolumen  
in Abwesenheit einer Gasphase von der Polymerisations-  
mischung aus THF und Carbonsäureanhydrid durchströmt.

20 Die Polymerisation wird im allgemeinen bei Temperaturen  
an fest angeordneten Katalysatorbett von 0° bis 70°C bei  
Normaldruck durchgeführt. Bei Anwendung von Druck kann die  
Polymerisationstemperatur auch höher liegen. Da bei Normal-  
druck einerseits unterhalb von 20°C die Reaktionsgeschwin-  
25 digkeit sehr stark abnimmt und oberhalb von 60°C der Reak-  
tionsumsatz geringer wird, wird vorzugsweise bei Temperatu-  
ren von 20° bis 60°C polymerisiert. Die Verweilzeiten am  
Katalysator betragen je nach angewandter Temperatur und  
Katalysatormenge ungefähr 2 bis 20 Stunden, vorzugsweise  
30 5 bis 8 Stunden.

Die das Reaktionsgefäß verlassende Reaktionsmischung ent-  
hält neben Diestern des Polybutylenglykols je nach ange-  
wendeten Reaktionsbedingungen, beispielsweise in Abhängig-  
35 keit von der Katalysatoraktivität, der Verweilzeit am

Katalysator und der Reaktionstemperatur z.B. noch 0 bis 70 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht der Reaktionsmischung, nicht umgesetzte Ausgangskomponenten. Da die so erhaltene Reaktionsmischung außer den Diestern des Polybutylenglykols nur flüchtige Bestandteile, nämlich Carbon-  
5 säureanhydrid und nicht umgesetztes THF, enthält, genügt es, diese durch Destillation, gegebenenfalls unter vermindertem Druck abzutrennen.

10 Handelsübliche Bleicherden, die entwässert und erfindungsgemäß in Form von Katalysatorfestbetten eingesetzt werden, liefern im allgemeinen Diester von Polybutylenglykolen mit Molekulargewichten von 500 bis 2000 bei 40° bis 50°C, bei  
15 einem Umsetzungsgrad von 50 bis 60 Gew.-% und bei einer Verweilzeit am Katalysator von 5 bis 8 Stunden.

Die nach dem erfindungsgemäßen Verfahren erhaltene Polybutylenglykol-diester lassen sich in bekannter Weise durch Umesterung, beispielsweise mit Methanol entsprechend  
20 US-PS 2 499 725 sowie Journal of American Chemical Society, Bd. 70, Seite 1842 in die entsprechenden Dihydroxyverbindungen überführen.

Die auf diese Weise erhaltenen Polytetrahydrofurane, insbesondere solche mit Molekulargewichten von ungefähr 800 bis  
25 3000, eignen sich vorzüglich zur Herstellung von Polyurethanen, insbesondere Polyurethan-Elastomeren, Gießharzen, u.a.

Die folgenden Beispiele sollen das erfindungsgemäße Verfahren näher erläutern, ohne es zu begrenzen. Die genannten  
30 Teile sind Gewichtsteile; sie verhalten sich zu Volumenteilen wie Kilogramm zu Litern.

35

Beispiel 1

(a) Behandlung des THF:

Ein marktgängiges technisches Tetrahydrofuran zeigt nach der gaschromatographischen Analyse (3 m Glassäule, Triton X 305, 50 bis 200°C) folgende Zusammensetzung:

Retentions- zeit sec	0-90	106	149	149-505	505
Flächen-%	0,01	99,8	0,04	0,03	0,02

Dieses Tetrahydrofuran wird mit 0,5 Gew.% der käuflichen Bleicherde Tonsil Optimum FF<sup>®</sup> (Süd-Chemie AG, München), versetzt und 2 Stunden auf Rückflußtemperatur erwärmt. Danach wird vom Feststoff abdestilliert. Das so erhaltene gereinigte Tetrahydrofuran besitzt folgende gaschromatographische Analyse, die sich nur wenig von den oben angegebenen Werten unterscheidet:

Retentions- zeit sec	0-90	106	149	149-505	505
Flächen-%	0,01	99,8	0,05	0,03	0,02

Das gleiche Ergebnis wird erhalten, wenn zur Behandlung des THF anstelle der Bleicherde Tonsil Optimum FF verwendet werden:

2 Gew.%  $\text{Al}_2(\text{OH})_2 \cdot \text{Si}_4\text{O}_{10}$  (Bentonit der Firma Süd-Chemie, München)  
 0,5 Gew.% p-Toluolsulfonsäure  
 0,5 Gew.% Schwefelsäure oder  
 0,5 Gew.% handelsübliches Kieselgelgranulat (Kieselgel A der Firma BASF Aktiengesellschaft).

## (b) Polymerisation des behandelten THF:

Handelsübliche 4 mm-Katalysatorkugeln aus Bentonit (K-Katalysator K 306 der Firma Süd-Chemie AG, München) werden in einem Stickstoffstrom bei 150°C 8 Stunden lang getrocknet.

Ein mit einem thermostatisierten Kühlmantel versehenes Reaktionsrohr mit einem Volumen von einem Volumenteil und einem Verhältnis von Durchmesser zu Länge von ungefähr 5:70 wird mit den oben beschriebenen getrockneten 4 mm Bentonit-Katalysatorkugeln gefüllt. Durch das Reaktionsrohr läßt man bei 40°C in Abwesenheit einer Gasphase von unten nach oben stündlich ein Volumenteil einer 2 Mol-% Acetanhydrid enthaltenden Tetrahydrofuranlösung strömen, bei der das Tetrahydrofuran wie unter (a) beschrieben vorbehandelt wurde. Aus dem Reaktionsrohr tritt eine farblose Reaktionslösung aus, aus der man durch Abdestillieren das nicht umgesetzte Tetrahydrofurans ein farbloses Polybutylenglykoldisacetat mit einem Molekulargewicht von ungefähr 2000 (errechnet aus der Verseifungszahl) erhält. Der Umsatz, bezogen auf eingesetztes Tetrahydrofuran, beträgt 34 Gew.-%.

Beispiel 2

4 mm-Katalysatorkugeln aus Bentonit (Katalysatorkugeln KA 3 der Firma Süd-Chemie AG, München) werden analog den Angaben von Beispiel 1b getrocknet und danach in das obengenannte Reaktionsrohr gefüllt. Durch das Reaktionsrohr läßt man bei 50°C mit einer Verweilzeit von 8 Stunden ein gemäß Beispiel 1a vorbehandeltes, 3 Mol-% Acetanhydrid enthaltendes Tetrahydrofuran strömen. Man erhält, nach Abdestillieren der nicht umgesetzten Ausgangskomponenten ein Polybutylen-

Glykoldiacetat mit einem Molekulargewicht von 1500 bei einem Umsatz von 38 Gew.-%.

### Beispiel 3

5

Strangpresslinge mit einem Durchmesser von 2 mm und einer durchschnittlichen Länge von 5 mm werden aus der käuflichen Bleicherde Tonsil Optimum FF (Süd-Chemie AG, München) hergestellt und 4 Stunden bei 200°C getrocknet.

10

Diese werden in das in Beispiel 1b beschriebene Reaktionsrohr eingebracht und bei 40°C und einer Verweilzeit von 10 Stunden mit einer gemäß Beispiel 1a vorbehandelten Tetrahydrofuranlösung, die 7 Mol-% Acetanhydrid enthält, beschickt. Man erhält einen farblosen Reaktionsauszug, der 50 Gew.-% Polybutylenglykoldiacetat vom Molekulargewicht 650 enthält.

15

20

25

30

35

271/1-12

030045/0192

